

?S PN=JP 10212083

S1 1 PN=JP 10212083

?T S1/5

1/5/1

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv..

012072409 **Image available**

WPI Acc No: 1998-489320/199842

XRPX Acc No: N98-382751

Linear motor driven elevator - has tie brackets to support second pair of guide rails that guide movement of counterweight, so that bracket interval is less than that of secondary side conductors on second rail pair

Patent Assignee: HITACHI LTD (HITA)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 10212083	A	19980811	JP 9714007	A	19970128	199842 B

Priority Applications (No Type Date): JP 9714007 A 19970128

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 10212083	A		7	B66B-009/02	

Abstract (Basic): JP 10212083 A

The elevator has first pair of guide rails (6,7) extended along an elevator hoistway (1) to guide the movement of an elevator cage (4). The elevator cage is suspended at one end of elevator cables (3) which are wound to pulleys (2). A counterweight (5), that supports a primary side conductor (8), is suspended at the other end of the elevator cables.

The counterweight is elevatable along a second pair of guide rails (a,7b) which are fixed to several tie brackets (12a-12d). The primary side conductor at the counter weight corresponds to secondary side conductors (9a-9e) that are installed along the second pair of guide rails. The length of the secondary side conductors is more than interval between the tie brackets.

ADVANTAGE - Simple installation structure of secondary side conductors, thereby simplifying installation.

Dwg. 1/5

Title Terms: LINEAR; MOTOR; DRIVE; ELEVATOR; TIE; BRACKET; SUPPORT; SECOND; PAIR; GUIDE; RAIL; GUIDE; MOVEMENT; COUNTERWEIGHT; SO; BRACKET; INTERVAL; LESS; SECONDARY; SIDE; CONDUCTOR; SECOND; RAIL; PAIR

Derwent Class: Q38

International Patent Class (Main): B66B-009/02

File Segment: EngPI



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開平10-212183

(43)公開日 平成10年(1998) 8月11日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 0 4 B 41/89		C 0 4 B 41/89	J
B 2 3 B 27/14		B 2 3 B 27/14	A
B 2 3 P 15/28		B 2 3 P 15/28	A

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)

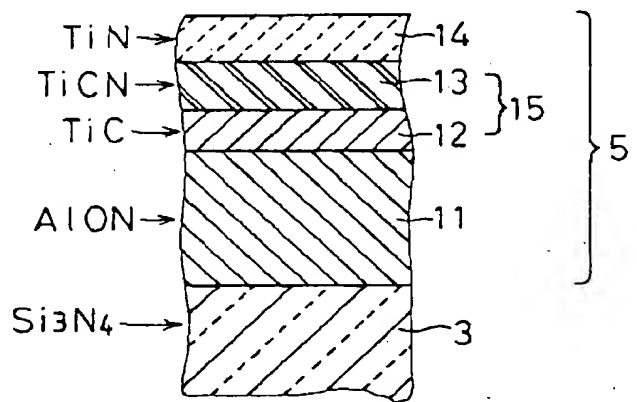
(21)出願番号	特願平9-11512	(71)出願人	000004547 日本特殊陶業株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号
(22)出願日	平成 9 年(1997) 1 月24日	(72)発明者	加藤 英喜 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日 本特殊陶業株式会社内
		(72)発明者	野崎 駿吉 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日 本特殊陶業株式会社内
		(74)代理人	弁理士 足立 勉

(54)【発明の名称】 表面被覆窒化珪素工具

(57).【要約】

【課題】 熱による内部歪の発生を防止して、層の剥離等の不具合が発生しない表面被覆窒化珪素工具を提供すること。

【解決手段】 チップ1は、基体3の表面全体に厚さ2～8μmの範囲の被覆層5が形成されたものである。基体3の組成は、Si₃N₄；96重量％、Al₂O₃；1.5重量％、MgO；1重量％、Yb₂O；1.5重量％であり、その結晶粒径は平均0.5μm以下である。被覆層5は、基体3の表面を覆って設けられたAlONからなる基体側層11と、基体側層11の表面を覆って設けられたTiCからなる中間第1内部層12と、中間第1内部層12の表面を覆って設けられたTiCNからなる中間第2内部層13と、中間第2内部層13の表面を覆って設けられたTiNからなる最外層14とから構成されている。尚、中間第1内部層12及び中間第2内部層13が、中間層15を構成している。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒化珪素を主成分とする基体の表面に被覆層を有する表面被覆窒化珪素工具において、

前記被覆層は、前記基体の表面に設けられたAlONからなる基体側層と、該基体側層の表面に設けられた中間層と、該中間層の表面に設けられたTiNからなる最外層との3種の層を備えるとともに、該被覆層の厚みが2～8μmであり、

前記中間層は、AlON、TiC、TiN、及びTiCNの中から選択された1種以上の中間内部層からなることを特徴とする表面被覆窒化珪素工具。

【請求項2】 前記基体側層を構成するAlONの結晶粒径が平均0.5μm以下であり、且つ該基体側層の厚さが1μm以下であることを特徴とする前記請求項1に記載の表面被覆窒化珪素工具。

【請求項3】 前記基体を構成する窒化珪素の結晶粒径が平均0.5μm以下であり、且つ該基体に含まれる焼結助剤成分が2～5重量%であることを特徴とする前記請求項1又は2に記載の表面被覆窒化珪素工具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えばスローアウェイチップ、エンドミル、ドリル等の工具に用いられる表面被覆窒化珪素工具に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、スローアウェイチップ（以下単にチップと記す）やドリル等の工具として、窒化珪素からなる基体の表面に、Al₂O₃やTiCなどの被覆層を複数層設けたセラミック工具が知られている（例えば、特公平3-49681号公報、特公昭63-1278号公報、特開平6-246511号公報、特公昭59-13475号公報参照）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】この被覆層は、耐摩耗性や耐熱性を向上させる目的で設けられるものであるが、上述した従来技術では、熱による残留応力によって生じる内部歪を十分に解消できないという問題があった。

【0004】つまり、この種のセラミック工具は、製造時あるいは使用時に高い温度となるので、被覆層を構成する各層間の熱膨張係数又は窒化珪素の基体と各層との間の熱膨張係数の差によって、特に高温の状態から常温の状態に変化する際に各層に大きな残留応力が加わることがあり、それによって内部歪が生じることがある。そして、この内部歪が大きな時には、場合によっては層の剥離等の不具合が発生するという問題があった。

【0005】本発明は、前記課題を解決するためになされたものであり、熱による内部歪の発生を防止して、層の剥離等の不具合が発生しない表面被覆窒化珪素工具を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するために、請求項1の発明は、窒化珪素を主成分とする基体の表面に被覆層を有する表面被覆窒化珪素工具において、前記被覆層は、前記基体の表面に設けられたAlONからなる基体側層と、該基体側層の表面に設けられた中間層と、該中間層の表面に設けられたTiNからなる最外層との3種の層を備えるとともに、該被覆層の厚みが2～8μmであり、前記中間層は、AlON、TiC、TiN、及びTiCNの中から選択された1種以上の中間内部層からなることを特徴とする表面被覆窒化珪素工具を要旨とする。

【0007】尚、前記中間層は、AlON、TiC、TiN、及びTiCNの中から選択された1種以上の中間内部層からなるが、その選択は、あくまで前記被覆層が異なる3種の層を備えた構成となる様に選択される。つまり、例えば中間層としてAlON1層のみやTiN1層のみが選択された場合などには、中間層と基体側層又は最外層とが一体となってしまう、本発明に必要な3層構造の被覆層が形成されないので、当然ながら、そのような場合は除外される。従って、中間内部層が1層の場合は、AlON-TiC-TiN、AlON-TiCN-TiNの場合に限定されるが、複数層の場合にはその様な限定はない。

【0008】請求項2の発明は、前記基体側層を構成するAlONの結晶粒径が平均0.5μm以下であり、かつ該基体側層の厚さが1μm以下であることを特徴とする前記請求項1に記載の表面被覆窒化珪素工具を要旨とする。

【0009】請求項3の発明は、前記基体を構成する窒化珪素の結晶粒径が平均0.5μm以下であり、かつ該基体に含まれる焼結助剤成分が2～5重量%であることを特徴とする前記請求項1又は2に記載の表面被覆窒化珪素工具を要旨とする。

【0010】

【発明の実施の形態】請求項1の発明の表面被覆窒化珪素工具では、その被覆層が、基体の表面に設けられたAlONからなる基体側層と、基体側層の表面に設けられた中間層と、中間層の表面に設けられたTiNからなる最外層との3種の層を備えている。

【0011】前記被覆層は、工具の耐摩耗性を向上させるため等の目的で採用されるいわゆる硬質被覆層であり、本発明では、その厚さは2～8μmに設定されている。つまり、この厚さより薄いと被覆層が短時間で摩滅してしまい、切削時等の摩耗の進行が大きく、一方、それより厚いと被覆層が剥がれ易くなるので、この範囲の厚さが、耐摩耗性及び剥離防止の点で好適である。

【0012】また、前記被覆層のうち、基体側層は、従来のAl₂O₃に代えてAlONを用いており、このAlONは、下記表1に示す様に、熱膨張係数が基体（母

材)である窒化珪素に近いので、急熱又は急冷された場合でも、剥離が生じにくい。また、AlONは、熱伝導率が高いので、熱引きがよく、熱クラックが生じ難い。更に、AlONは、窒化珪素を主成分とする基体との界面で固溶し合うため、基体との親和性が高く、密着性が良好である。

【0013】しかも、最外層はTiNであり、このTiNからなる層は摩擦係数が少ないため、被切削材との摩擦抵抗が低下し、よって、加工の際にチップ等の刃先に生じる熱の発生を抑制する。特に、中間層は、AlON、TiC、TiN、及びTiCNの中から選択された1種以上の中間内部層からなるものであり、これらの中間内部層は、基体側層と最外層との間の熱膨張係数(又*

*は同じ程度の熱膨張係数)を有するので、熱による残留応力を緩和することができ、内部歪が生じ難い構成となっている。

【0014】つまり、各材料の熱膨張係数を下記表1に示すが、前記基体側層と最外層との間に下記の熱膨張係数の中間内部層を備えることにより、製造時或使用時の大きな温度変化によって隣合う層間において大きな力加わる様な場合でも、その残留応力が緩和され、内部歪みが生じ難くなる。そのため、製造時或使用時に層の剥離が生じにくく、歩留りや耐久性等の点で優れたものとなる。

【0015】

【表1】

各部の名称		材料の種類	熱膨張係数 [$\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$]
基体		Si ₃ N ₄	3.0
基体側層		AlON	約7(0/N比により変化)
中間層	内部中間層	AlON	約7(0/N比により変化)
	内部中間層	TiC	7.6
	内部中間層	TiN	9.2
	内部中間層	TiCN	7.6~9.2(C/N比により変化)
最外層		TiN	9.2

【0016】前記中間層を構成する各中間内部層の厚さとしては、例えば0.3~1.5 μm の範囲が挙げられ、この範囲の厚さの層が積層されている場合には、製造時或使用時において、更に剥離が生じ難い。請求項2の発明では、基体側層を構成するAlONの結晶粒径が平均0.5 μm 以下であり、かつその厚さが1 μm 以下である。

【0017】AlONは、基体の主成分である窒化珪素との密着力(接着力)に優れた材料であり、その結晶組織は、柱状結晶と粒子状結晶とが混在する組織構造をしている。従って、前記結晶粒径の平均とは、柱状結晶の径と粒子状結晶の径とを平均化したものである。

【0018】ここで、結晶粒子が平均0.5 μm を上回ると、結晶粒が大きすぎて、工具の使用時に結晶が脱落し易くなるので、結晶粒径は平均0.5 μm 以下が好適である。また、基体側層が余りに厚くなると、同様に被覆層自体が基体から剥離し易くなるので、基体側層の厚さは1 μm 以下が好適である。つまり、基体側層の厚さは、結晶粒径の平均の2倍より小さい程度が好適である。

【0019】請求項3の発明では、基体を構成する窒化珪素の結晶粒径が平均0.5 μm 以下であり、かつ基体に含まれる焼結助剤成分が2~5重量%である。窒化珪素の結晶粒径が平均0.5 μm 以下であると、強度が高くなり切削時等に欠け難くなる。また、焼結助剤が、2~5重量%の範囲であると、硬度が高くなり耐摩耗性が

向上する。

【0020】特に、焼結助剤が、2~5重量%のものは、境界摩耗に関しては従来の2倍の性能を発揮するが、本発明では、上述した被覆層を備えているので、逃げ面摩耗が少なく、一層の長寿命化を実現することができる。尚、前記中間層が、AlON、TiC、TiN、及びTiCNの中から選択された2種以上の中間内部層からなる組が、複数組積層されたものであると、一層残留応力を低減する能力が高く好適である。

【0021】

【実施例】以下、本発明の表面被覆窒化珪素工具の実施例として、スローアウェイチップ(以下チップと記す)を例に挙げて説明する。

a) 図1に示す様に、本実施例のチップ1は略直方体の形状であり、Si₃N₄からなる略直方体の基体3の表面全体に、厚さ2~8 μm の範囲の被覆層5が形成されたものである。

【0022】このチップ1の基体3の刃先1a、1bに相当する部分には、0.2mm \times 25度の面取加工が施されており、これにより、チップ1の刃先1aに面取部分が形成されている。尚、このチップ1は、通常、ホルダー7の角部に図示しない固定具等を用いて固定されて切削に用いられる。

【0023】前記基体(母材)3の組成は、Si₃N₄; 96重量%、Al₂O₃; 1.5重量%、MgO; 1重量%、Yb₂O₃; 1.5重量%であり、その結晶粒径は平

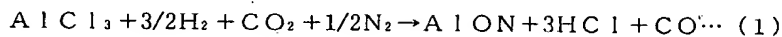
均0.5 μ m以下(例えば0.3 μ m)である。また、被覆層5は、図2に示す様に、基体3の表面を覆って設けられたAlONからなる厚さ1 μ mの基体側層11と、基体側層11の表面を覆って設けられたTiCからなる厚さ0.3 μ mの中間第1内部層12と、中間第1内部層12の表面を覆って設けられたTiCNからなる厚さ0.3 μ mの中間第2内部層13と、中間第2内部層13の表面を覆って設けられたTiNからなる厚さ0.4 μ mの最外層14とから構成されている。尚、中間第1内部層12及び中間第2内部層13から、中間層15が

【0024】b)次に、本実施例のチップ1の製造方法を説明する。

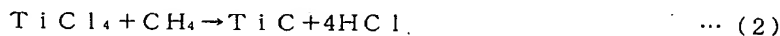
①まず、基材3の製造方法を説明する。主成分であるSi₃N₄粉末に対し、焼結助剤としてAl₂O₃粉末とMgO粉末とYb₂O₃粉末とを上述した重量%となる様に配合し、アルコールとともに湿式ボールミルにて混合する。

【0025】次に、乾燥後、プレス助剤としてパラフィンを添加し、1ton/cm²以上の圧力でコールドプレスすることにより、基材3となる成形体を得る。次*

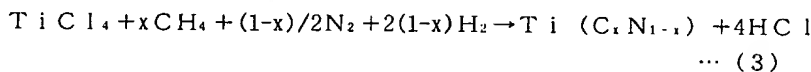
[AlON]



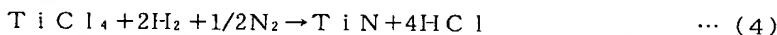
[TiC]



[TiCN]



[TiN]



これにより、前記図2に示した様に、基体3の表面に上述した基体側層11、中間層15、最外層14からなる3層構造(2つの中間内部層12、13を考慮すると4層構造)の被覆層5を備えたチップ1が完成する。

【0029】c)次に、本実施例の効果を確認するために行った実験例について説明する。本実験例は、下記表2、3に示す層構造の被覆層を有するチップを製造し、下記に示す実験条件にて切削加工(乾式切削)を行ない、その場合の逃げ面摩耗及び(前逃げ)境界摩耗を測定したものである。その結果を下記表2、3に記す。

【0030】また、AlONからなる基材側層の結晶粒径の平均値を、電子顕微鏡を用いて調べた。上述した結果も同じく表2、3に記す。ここで、逃げ面摩耗とは、図3の右上の辺が被削材と接する刃先1aだとすると、この刃先1aの下方に生ずる摩耗を意味し、その上下方

*に、この成形体を、N₂ガス雰囲気下にて、例えば1550~1900℃の温度で、10~120分の範囲で焼成することにより、ほぼ基体3と同様な形状の焼成体を得る。また、必要に応じて、1600℃×2時間、1500気圧(N₂ガス)にてHIP処理を行う。

【0026】そして、この様にして得られた焼成体を、ISO規格ではSNGN120412の形状に研磨し、洗浄して、上述した形状の基体3が完成する。尚、基体3の主成分であるSi₃N₄原料粉末は、通常α型が望ましく、粒径1 μ m以下が好ましい。

【0027】②次に、被覆層5の形成方法について説明する。前記①に示した製造方法にて製造した基体3を、周知のCVD装置にセットする。このCVD装置とは、化学気相析出法(いわゆるCVD法)により、被覆層5を形成するものである。

【0028】そして、下記の反応式(1)~(4)に示す反応を利用して、AlONからなる基体側層11、TiCからなる中間第1内部層12、TiCNからなる中間第2内部層13、TiNからなる最外層14の順で、順次各層を形成してゆく。

向の長さが逃げ面摩耗量である。また、(前逃げ)境界摩耗とは、同図の左上の辺である刃先1bの下方に生ずる牙状の摩耗を意味し、その上下方向の牙の長さが(前逃げ)境界摩耗量である。

【0031】尚、チップ形状は、前記実施例と同様なSNGN120412、面取りも同じく0.2mm×2.5度のチップである。

(実験条件)

- ・被削材 : JIS FC200 (普通鉄)
- ・切削速度 : 100m/min
- ・送り速度 : 0.1mm/rev
- ・切込み深さ : 1.0mm
- ・切削時間 : 60min

【0032】

【表2】

【実施例の試料】

試料 No	被覆膜構成 基材層側→最外層側 ()内は膜厚	全膜厚 [μm]	基体側層 結晶粒径 [μm]	逃げ面 摩耗量 [mm]	境界 摩耗量 [mm]
1	$\text{AlON}-\text{TiC}-\text{TiCN}-\text{TiN}$ (1 μm) (合計1 μm)	2.0	0.5	0.20	0.21
2	No. 1 の構成×2回	4.0	0.5	0.14	0.16
3	No. 1 の構成×3回	6.0	0.5	0.10	0.16
4	No. 1 の構成×4回	8.0	0.5	0.15	0.21
5	($\text{AlON}-\text{TiCN}$)×3回-TiN (0.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	2.9	0.3	0.16	0.19
6	No. 5 の構成×2回	5.8	0.3	0.11	0.14
7	($\text{AlON}-\text{TiCN}$)×6回-TiN (0.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	5.3	0.3	0.11	0.16
8	($\text{AlON}-\text{TiCN}$)×2回-TiN (1.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	4.1	0.5	0.20	0.21
9	No. 1 の構成	2.0	1.0	0.23	0.26
10	No. 9 の構成×2回	4.0	1.0	0.19	0.21
11	$\text{AlON}-\text{TiCN}-\text{TiN}$ (1 μm)(1 μm)(0.5 μm)	2.5	0.5	0.19	0.19
12	($\text{AlON}-\text{TiCN}$)×2回-TiN (1 μm)(1 μm) (0.5 μm)	4.5	1.0	0.19	0.21
13	No. 11 の構成×2回	5.0	0.5	0.12	0.16
14	No. 11 の構成×3回	7.5	0.5	0.13	0.18

【0033】

* * 【表3】

【比較例の試料】

試料 No	被覆膜構成 基材層側→最外層側 ()内は膜厚	全膜厚 [μm]	基体側層 結晶粒径 [μm]	逃げ面 摩耗量 [mm]	境界 摩耗量 [mm]
15	$\text{AlON}-\text{TiC}-\text{TiCN}-\text{TiN}$ (1 μm) (合計0.5 μm)	1.5	0.5	0.29	0.40
16	($\text{AlON}-\text{TiC}-\text{TiCN}-\text{TiN}$)×5回 (1 μm) (合計1 μm)	10 剥離	0.5	—	—
17	$\text{AlON}-\text{TiCN}-\text{TiN}$ (0.5 μm)(0.3 μm)(0.5 μm)	1.3	0.5	0.34	0.41
18	[($\text{AlON}-\text{TiCN}$)×3回-TiN]×3回 (0.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	8.7	0.5	30分で剥離のため中断	
19	$\text{AlON}-\text{TiC}-\text{TiCN}$ (2 μm) (合計1 μm)	3.0	1.0	切削初期で剥離 15分で欠損	
20	($\text{AlON}-\text{TiCN}$)×3回 (0.5 μm)(0.3 μm)	2.4	0.5	0.27	0.26

【0034】前記表2、3で、回とは、同じ層の構成がその数だけ積層されていることを示す。そして、前記表2、3から明らかなように、本発明の範囲である実施例の試料No. 1～14のチップ1は、製造時や使用時に被覆層5において剥離やカケ・ワレ等の不具合が発生せず、好適に加工を行なうことができた。また、本発明の範囲のものは、逃げ面摩耗量が0.23mm以下で且つ

境界摩耗量が0.26mm以下と少なく、耐摩耗性に優れており、長寿命であるので好適である。

【0035】このうち、特に、AlONからなる基体側層11の結晶粒径の平均が0.5 μm 以下で、且つ基体側層11の厚さが1 μm 以下の試料1～7、11、13、14のチップは、全体的に逃げ面摩耗量及び境界摩耗量が少なく、一層耐摩耗性に優れているので望ましい

ものである。

【0036】また、実施例の試料No. 3と試料No. 4（又は試料No. 13と試料No. 14）を比較すると、被覆層5の全膜厚が大きくなるほど逃げ面摩耗量及び境界摩耗量が大きくなっており、その厚さが増大するほど剥離し易い傾向があることが分かる。それに対して、本発明の範囲外の比較例のうち、試料No. 16のチップは、製造時に被覆層に剥離が発生しており、適正に加工作業を行なうことができないので好ましくない。また、試料No. 18, 19のチップは、使用時に被覆層の剥離や欠損が生じてしまい、好ましくない。更に、試料No. 15, 17, 20のチップは、製造時や使用時に被覆層の剥離や欠損は生じなかったものの、逃げ面摩耗が0.27mm以上で且つ境界摩耗が0.26mm以上と大きく、耐摩耗性に劣り、寿命が短いので好ましくない。

【0037】この実験例からも明かな様に、基体3表面に上述した層構造を有する被覆層5を備えた本実施例のチップ1は、残留応力を緩和する能力に優れており、製造時や使用時に被覆層5の剥離を生じにくいという顕著な効果を奏する。また、被覆層5の厚さが適正に設定されているので、耐摩耗性にも優れており、長寿命化を実現することができる。

【0038】また、基板側層11のAlONは、Al₂O₃に比べて熱伝導率が高いので、熱引きがよく、熱クラックが生じ難い。更に、最外層14のTiNは、加工の最にチップ1の刃先に生じる熱の発生を抑制することができ、それによって、さらなる高速加工、高能率加工を行うことができるという利点がある。

【0039】尚、本発明は前記実施例に限定されるものではなく、本実施例の要旨を逸脱しない範囲内で各種の態様で実施できることは勿論である。

①例えば前記実施例では、本発明の適用例としてチップを例に挙げたが、例えばドリル等の他の表面被覆窒化珪素工具に、上述した構成を採用すれば、同様の効果を奏する。

【0040】②また、中間層を構成する中間内部層の組み合わせは、上述した実験例に示した組み合わせ以外にも、各種の構成が考えられる。

③更に、本発明において、窒化珪素を主成分とする基体

としては、Si₃N₄を主成分とする基体だけではなく、同様の特性を有するサイアロンを主成分とする基体も含まれる。

【0041】尚、この内部中間層の間に、本発明の範囲外の材料からなる層を配置した場合でも、本発明の作用効果が得られる限りは本発明の適用範囲である。つまり、他の材料からなる層を形成した場合でも、上述した本発明の構成を含む場合は、本発明の権利範囲に含まれる。

10 【0042】

【発明の効果】以上、詳述したとおり、請求項1の発明の表面被覆窒化珪素工具は、製造時や使用時に被覆層に剥離が発生し難い。また、耐摩耗性に優れており、長寿命である。

【0043】請求項2の発明では、基板側層のAlONの結晶粒径及びその厚さの設定より、工具の使用時に結晶が脱落し難く、層の剥離が生じ難くなり、一層好適である。請求項3の発明では、基体の窒化珪素の結晶粒径及び焼結助剤成分の設定により、一層、強度が高くなり切削時等に欠け難くなるとともに、硬度が高くなり耐摩耗性が向上する。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本実施例のチップを一部破断して示す説明図である。

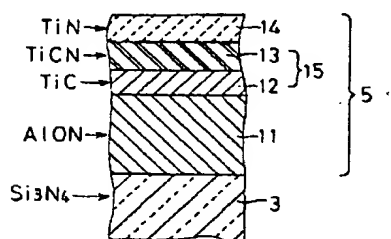
【図2】 本実施例のチップの被覆層等の断面を示す説明図である。

【図3】 本実施例のチップの摩耗の状態を示す説明図である。

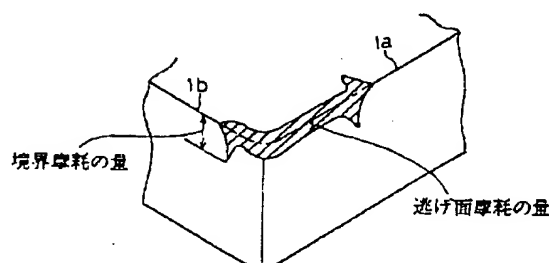
【符号の説明】

- 1…チップ
- 1a, 1b…刃先
- 3…基体
- 5…被覆層
- 7…ホルダー
- 11…基板側層
- 12…中間第1内部層
- 13…中間第2内部層
- 14…最外層
- 15…中間層

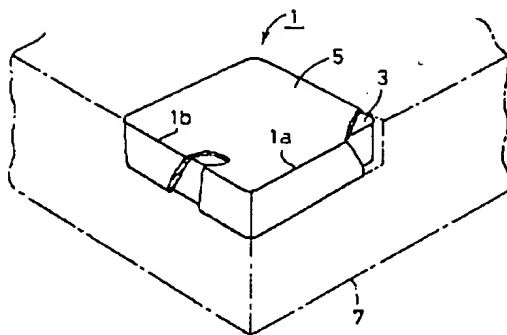
【図2】



【図3】



【図1】



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **10-212183**

(43)Date of publication of application : **11.08.1998**

(51)Int. Cl.

C04B 41/89

B23B 27/14

B23P 15/28

(21)Application number : **09-011512**

(71)Applicant : **NGK SPARK PLUG CO LTD**

(22)Date of filing : **24.01.1997**

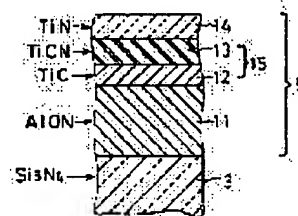
(72)Inventor : **KATO HIDEKI
NOZAKI SHUNKICHI**

(54) SURFACE COATED SILICON NITRIDE TOOL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a surface coated silicon nitride tool which obviates the occurrence of trouble, such as peeling of layers by preventing the generation of internal stresses by heat.

SOLUTION: A chip is obtd. by forming coating layers 5 having a thickness in a range of 2 to 8 μ m over the entire part of the surface of a base body 3. The compsn. of the base body 3 consists of 95wt.% Si₃N₄, 1.5wt.% Al₂O₃, 1wt.% MgO and 1.5wt.% Yb₂O and the crystal grain size thereof is $\leq 0.5\mu$ m in average. The coating layers 5 comprise a base body side layer 11 which consists of AlON and is disposed to cover the surface of the base body side layer 11', an intermediate second inside layer 13 which consists of TiCN and is disposed to cover the surface of this intermediate first inside layer 12 and the outermost layer 14 which consists of TiN and is disposed to cover the surface of this intermediate second inside layer. The intermediate first inside layer 12 and the intermediate second inside layer 13 constitute the intermediate layer 15.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

09.05.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The surface coating silicon nitride tool which has an enveloping layer on the front face of the base which makes a silicon nitride a principal component characterized by providing the following. The aforementioned enveloping layer is a base side layer which consists of AlON prepared in the front face of the aforementioned base. The interlayer prepared in the front face of this base side layer. Three sorts of layers with the outermost layer of drum which consists of TiN prepared in this interlayer's front face.

[Claim 2] A surface coating silicon nitride tool given in the aforementioned claim 1 characterized by for the diameter of crystal grain of AlON which constitutes the aforementioned base side layer being an average of 0.5 micrometers or less, and this base side layer thickness being 1 micrometer or less.

[Claim 3] The aforementioned claim 1 characterized by for the diameter of crystal grain of the silicon nitride which constitutes the aforementioned base being an average of 0.5 micrometers or less, and the sintering-acid component contained in this base being 2 - 5 % of the weight, or a surface coating silicon nitride tool given in 2.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the surface coating silicon nitride tool used for tools, such as a throwaway tip, an end mill, and a drill.

[0002]

[Description of the Prior Art] The ceramic tool which prepared two or more layers enveloping layers, such as aluminum 2O3 and TiC, in the front face of the base which consists of a silicon nitride conventionally as tools, such as a throwaway tip (it is only described as a chip below) and a drill, is known (for example, refer to JP,3-49681,B, JP,63-1278,B, JP,6-246511,A, and JP,59-13475,B).

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Although this enveloping layer is prepared in order to raise abrasion resistance and thermal resistance, it had the problem that internal distortion produced with the residual stress by heat was fully uncanceled, with the conventional technology mentioned above.

[0004] That is, since this kind of ceramic tool serves as high temperature at the time of manufacture or use, in case it changes with the differences of the coefficient of thermal expansion between each class which constitutes an enveloping layer, or the coefficient of thermal expansion between the base of a silicon nitride, and each class from a hot state to the state of ordinary temperature especially, big residual stress may join each class and internal distortion may produce it by it. And when this internal distortion was big, there was a problem that faults, such as ablation of a layer, occurred, depending on the case.

[0005] this invention is made in order to solve the aforementioned technical problem, it prevents generating of the internal distortion by heat, and aims at offering the surface coating silicon nitride tool which faults, such as ablation of a layer, do not generate.

[0006]

[Means for Solving the Problem] In order to solve the aforementioned technical problem, invention of a claim 1 In the surface coating silicon nitride tool which has an enveloping layer on the front face of the base which makes a silicon nitride a principal component the aforementioned enveloping layer While having three sorts of layers of the base side layer which consists of AlON prepared in the front face of the aforementioned base, the interlayer prepared in the front face of this base side layer, and the outermost layer of drum which consists of TiN prepared in this interlayer's front face The thickness of this enveloping layer is 2-8 micrometers, and the aforementioned interlayer makes a summary the surface coating silicon nitride tool characterized by the bird clapper from one or more sorts of interior layers of middle chosen from AlON, TiC and TiN, and TiCN.

[0007] In addition, although the aforementioned interlayer consists of one or more sorts of interior layers of middle chosen from AlON, TiC and TiN, and TiCN, the selection is chosen so that it may become the composition equipped with three sorts of layers from which the aforementioned enveloping layer differs to the last. That is, it is excepted, though natural, since an interlayer, a base side layer, or an outermost layer of drum is united and the enveloping layer of a three-tiered structure required for this invention is not formed, when only one layer of AlON(s) and one layer of TiN(s) are chosen, for example as an interlayer. Therefore, although it is limited in AlON-TiC-TiN and AlON-TiCN-TiN when there is an interior layer of middle, in the case of two or more layers, there is such no limitation.

[0008] Invention of a claim 2 makes a summary the surface coating silicon nitride tool of a publication at the aforementioned claim 1 characterized by for the diameter of crystal grain of AlON which constitutes the aforementioned base side layer being an average of 0.5 micrometers or less, and this base side layer thickness being 1 micrometer or less.

[0009] Invention of a claim 3 makes a summary the aforementioned claim 1 characterized by for the diameter of crystal grain of the silicon nitride which constitutes the aforementioned base being an average of 0.5 micrometers or less, and the sintering-acid component contained in this base being 2 - 5 % of the weight, or a surface coating silicon nitride tool given in 2.

[0010]

[Embodiments of the Invention] The enveloping layer is equipped with three sorts of layers of the base side layer which consists of AlON prepared on the surface of the base, the interlayer prepared in the front face of a base side layer, and the outermost layer of drum which consists of TiN prepared in an interlayer's front face in the surface coating silicon nitride tool of invention of a claim 1.

[0011] The aforementioned enveloping layer is the so-called hard enveloping layer adopted for the purpose for raising the

abrasion resistance of a tool etc., and the thickness is set as 2-8 micrometers in this invention. That is, if thinner than this thickness, an enveloping layer will wear out for a short time, advance of the wear at the time of cutting etc. is large, and since an enveloping layer will become easy to separate on the other hand if thicker than it, the thickness of this range is suitable in respect of abrasion resistance and ablation prevention.

[0012] Moreover, a base side layer is replaced with conventional aluminum 2O₃ among the aforementioned enveloping layers, AlON is used, and since this AlON has a coefficient of thermal expansion close to the silicon nitride which is a base (base material) as shown in the following table 1, rapid heating or even when it quenches, ablation cannot produce it easily. Moreover, since thermal conductivity is high, the heat length of AlON is good and a heat crack cannot produce it easily. Furthermore, since AlON dissolves each other by the interface with the base which makes a silicon nitride a principal component, its compatibility with a base is high and its adhesion is good.

[0013] And an outermost layer of drum is TiN, since the layer which consists of this TiN has little coefficient of friction, frictional resistance with cut material falls and, therefore, it suppresses generating of the heat produced in the edge of a blade, such as a chip, in the case of processing. Especially an interlayer consists of one or more sorts of interior layers of middle chosen from AlON, TiC and TiN, and TiCN, and since these interior layers of middle have a coefficient of thermal expansion between a base side layer and an outermost layer of drum (or coefficient of thermal expansion of the same grade), they can ease the residual stress by heat and have composition which internal distortion cannot produce easily.

[0014] That is, although the coefficient of thermal expansion of each material is shown in the following table 1, even when the big force is added between ***** by the big temperature change at the time of manufacture and use by having the interior layer of middle of the following coefficient of thermal expansion between the aforementioned base side layer and an outermost layer of drum, the residual stress is eased and it is hard coming to generate internal distortion. Therefore, it is hard to produce ablation of a layer at the time of manufacture and use, and becomes what was excellent in respect of the yield, endurance, etc.

[0015]

[Table 1]

各部の名称		材料の種類	熱膨張係数 [$\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$]
基体		Si ₃ N ₄	3.0
基体側層		AlON	約7 (O/N比により変化)
中間層	内部中間層	AlON	約7 (O/N比により変化)
	内部中間層	TiC	7.6
	内部中間層	TiN	9.2
	内部中間層	TiCN	7.6 ~ 9.2 (C/N比により変化)
最外層		TiN	9.2

[0016] When the range of 0.3-1.5 micrometers is mentioned, for example and the laminating of the layer of the thickness of this range is carried out as each interior layer thickness of middle which constitutes the aforementioned interlayer, it is further hard to produce ablation at the time of manufacture and use. The diameter of crystal grain of AlON which constitutes a base side layer from invention of a claim 2 is an average of 0.5 micrometers or less, and the thickness is 1 micrometer or less.

[0017] AlON is a material excellent in the adhesion force (adhesive strength) with the silicon nitride which is the principal component of a base, and the crystalline structure is carrying out organization in which a columnar crystal and a particle-like crystal are intermingled. Therefore, with the average of the aforementioned diameter of crystal grain, the path of a columnar crystal and the path of a particle-like crystal are equalized.

[0018] Here, if a crystal grain child exceeds an average of 0.5 micrometers, since a crystal becomes easy to drop out at the time of use of a tool, an average of 0.5 micrometers or less are suitable [crystal grain is too large, and] for the diameter of crystal grain. Moreover, if a base side layer becomes thick to remainder, since the enveloping layer itself will become easy to exfoliate from a base similarly, 1 micrometer or less is suitable for base side layer thickness. That is, a grade smaller than the double precision of an average of the diameter of crystal grain is suitable for base side layer thickness.

[0019] The diameter of crystal grain of the silicon nitride which constitutes a base from invention of a claim 3 is an average of 0.5 micrometers or less, and the sintering-acid component contained in a base is 2 - 5 % of the weight. Intensity becomes it high that the diameter of crystal grain of a silicon nitride is an average of 0.5 micrometers or less, and it is hard coming to be missing at the time of cutting etc. Moreover, a degree of hardness becomes it high that a sintering acid is 2 - 5% of the weight of a range, and abrasion resistance improves.

[0020] Since it has especially the enveloping layer which the sintering acid mentioned above in this invention although 2 - 5% of the weight of the thing demonstrated the performance of the conventional double precision about the groove wear, there are few flank wears and they can realize much more reinforcement. In addition, the capacity to reduce residual stress further if two or more set laminating is carried out is highly suitable for the group which the aforementioned interlayer becomes from two or more sorts of interior layers of middle chosen from AlON, TiC and TiN, and TiCN.

[0021]

[Example] Hereafter, as an example of the surface coating silicon nitride tool of this invention, a throwaway tip (it is described as a chip below) is mentioned as an example, and is explained.

a) As shown in drawing 1, the chip 1 of this example is the configuration of an abbreviation rectangular parallelepiped, and the enveloping layer 5 of the range of 2-8-micrometer thickness is formed in the whole front face of the base 3 of an abbreviation rectangular parallelepiped which consists of Si₃N₄.

[0022] Chamfering-of-the-edge processing of 0.2mmx25 degree is given to the portion equivalent to the edge of a blade 1a and 1b of the base 3 of this chip 1, and, thereby, the chamfering-of-the-edge portion is formed in edge-of-a-blade 1a of a chip 1. In addition, it is usually fixed using the fastener which is not illustrated to the corner of an electrode holder 7, and this chip 1 is used for cutting.

[0023] Composition of the aforementioned base (base material) 3 is 4; 96 % of the weight of Si₃N_s, 2O₃; 1.5 % of the weight of aluminum, MgO; 1 % of the weight, and 2O₃; 1.5 % of the weight of Yb, and the diameter of crystal grain is an average of 0.5 micrometers or less (for example, 0.3 micrometers). Moreover, the base with a thickness of 1 micrometer it is thin from AlON which was wearing front face of base 3 and was prepared as enveloping layer 5 is shown in drawing 2 side layer 11, The 1st interior layer 12 with a thickness of 0.3 micrometers it is thin from TiC which was wearing the front face of the base side layer 11, and was prepared of middle, It consists of a 2nd interior layer 13 with a thickness of 0.3 micrometers it is thin from TiCN which was wearing the front face of the 1st interior layer 12 of middle, and was prepared of middle, and an outermost layer of drum 14 with a thickness of 0.4 micrometers it is thin from TiN which was wearing the front face of the 2nd interior layer of middle, and was prepared. In addition, the interlayer 15 consists of a 1st interior layer 12 of middle, and a 2nd interior layer 13 of middle.

[0024] b) Next, explain the manufacture method of the chip 1 of this example.

** Explain the manufacture method of a base material 3 first. It blends so that it may become weight % which mentioned above 2Oaluminum3 powder, MgO powder, and 2OYb3 powder as a sintering acid to Si₃N₄ powder which is a principal component, and it mixes with a wet ball mill with alcohol.

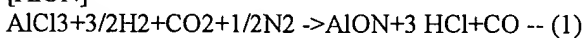
[0025] Next, the Plastic solid used as a base material 3 is obtained by adding paraffin as a press assistant after dryness, and carrying out a cold press by the two or more 1 ton/cm pressure. Next, the baking object of the almost same configuration as a base 3 is acquired by calcinating this Plastic solid in the range for 10 - 120 minutes at the temperature of 1550-1900 degrees C under N₂ gas atmosphere. Moreover, HIP processing is performed with 1500 atmospheric pressure (N₂ gas) for 1600 degree-Cx 2 hours if needed.

[0026] And by ISO specification, the base 3 of the configuration which ground in the configuration of SNGN120412, washed and was mentioned above completes the baking object acquired by making it this appearance. In addition, the Si₃N₄ raw-material powder which is the principal component of a base 3 usually has desirable alpha type, and its particle size of 1 micrometer or less is desirable.

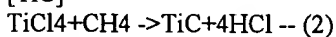
[0027] ** Next, explain the formation method of an enveloping layer 5. The base 3 manufactured by the manufacture method shown in the aforementioned ** is set in a well-known CVD system. This CVD system forms an enveloping layer 5 by the chemistry gaseous-phase depositing method (the so-called CVD).

[0028] And each class is formed one by one in order of the base side layer 11 which consists of AlON, the 1st interior layer 12 of middle which consists of TiC, the 2nd interior layer 13 of middle which consists of TiCN, and the outermost layer of drum 14 which consists of TiN using the reaction shown by following reaction-formula (1) - (4).

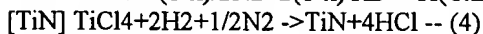
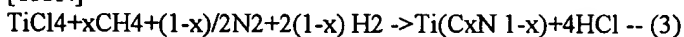
[AlON]



[TiC]



[TiCN]



Thereby, as shown in aforementioned drawing 2, the chip 1 equipped with the enveloping layer 5 of the three-tiered structure (when two interior layers 12 and 13 of middle are taken into consideration, they are four layer structures) which consists of the base side layer 11 mentioned above on the front face of a base 3, an interlayer 15, and an outermost layer of drum 14 is completed.

[0029] c) Next, explain the example of an experiment which went to the well which checks the effect of this example. This example of an experiment manufactures the chip which has the enveloping layer of the layer structure shown in the following tables 2 and 3, performs cutting (dry type cutting) on the experiment conditions shown below, and measures the flank wear and (last recess) groove wear in that case. The result is described in the following tables 2 and 3.

[0030] Moreover, the average of the diameter of crystal grain of the base-material side layer which consists of AlON was investigated using the electron microscope. Similarly the result mentioned above is described in Tables 2 and 3. Here, a flank wear means the wear of this edge-of-a-blade 1a produced caudad, supposing the side at the upper right of drawing 3 is edge-of-a-blade 1a which touches *-ed material, and the length of the vertical direction is the amount of flank wears. Moreover, a groove wear (last recess) means wear of the shape of a fang which edge-of-a-blade 1b which is the side at the upper left of this drawing produces caudad, and the length of the fang of the vertical direction is the amount of groove wears (last recess).

[0031] In addition, the same SNGN120412 as the aforementioned example and beveling are also the same, and a chip configuration is a 0.2mmx25 degree chip.

(Experiment conditions)

- *-ed material ; JIS FC200 (usually cast iron)

- Cutting speed ; 100 m/min and feed rate ; 0.1 mm/rev and the infeed depth; 1.0mm and cutting time ; 60min[0032]

[Table 2]

[実施例の試料]

試料 No	被覆膜構成 基材層側→最外層側 ()内は膜厚	全膜厚 [μm]	基体側層 結晶粒径 [μm]	逃げ面 摩耗量 [mm]	境界 摩耗量 [mm]
1	AlON-TiC-TiCN-TiN (1 μm) (合計1 μm)	2.0	0.5	0.20	0.21
2	No. 1 の構成×2回	4.0	0.5	0.14	0.16
3	No. 1 の構成×3回	6.0	0.5	0.10	0.16
4	No. 1 の構成×4回	8.0	0.5	0.15	0.21
5	(AlON-TiCN)×3回-TiN (0.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	2.9	0.3	0.16	0.19
6	No. 5 の構成×2回	5.8	0.3	0.11	0.14
7	(AlON-TiCN)×6回-TiN (0.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	5.3	0.3	0.11	0.16
8	(AlON-TiCN)×2回-TiN (1.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	4.1	0.5	0.20	0.21
9	No. 1 の構成	2.0	1.0	0.23	0.26
10	No. 9 の構成×2回	4.0	1.0	0.19	0.21
11	AlON-TiCN-TiN (1 μm)(1 μm)(0.5 μm)	2.5	0.5	0.19	0.19
12	(AlON-TiCN)×2回-TiN (1 μm)(1 μm) (0.5 μm)	4.5	1.0	0.19	0.21
13	No. 1 1 の構成×2回	5.0	0.5	0.12	0.16
14	No. 1 1 の構成×3回	7.5	0.5	0.13	0.18

[0033]

[Table 3]

[比較例の試料]

試料 No	被覆膜構成 基材層側→最外層側 ()内は膜厚	全膜厚 [μm]	基体側層 結晶粒径 [μm]	逃げ面 摩耗量 [mm]	境界 摩耗量 [mm]
15	AlON-TiC-TiCN-TiN (1 μm) (合計0.5 μm)	1.5	0.5	0.29	0.40
16	(AlON-TiC-TiCN-TiN)×5回 (1 μm) (合計1 μm)	10 剝離	0.5	—	—
17	AlON-TiCN-TiN (0.5 μm)(0.3 μm)(0.5 μm)	1.3	0.5	0.34	0.41
18	(AlON-TiCN)×3回-TiN×3回 (0.5 μm)(0.3 μm) (0.5 μm)	8.7	0.5	30分で剝離のため中断	
19	AlON-TiC-TiCN (2 μm) (合計1 μm)	3.0	1.0	切削初期で剝離 15分で欠損	
20	(AlON-TiCN)×3回 (0.5 μm)(0.3 μm)	2.4	0.5	0.27	0.26

[0034] The composition of the same layer indicates it to be a time that the laminating only of the number is carried out in the aforementioned tables 2 and 3. And in the enveloping layer 5, faults, such as ablation and a KAKE crack, did not occur at the time of manufacture and use, but the chip 1 of sample No.1-14 of the example which is the range of this invention was suitably processible so that clearly from the aforementioned tables 2 and 3. Moreover, the amount of flank wears is 0.23mm or less, and the thing of the range of this invention has few amounts of groove wears as 0.26mm or less, is excellent in abrasion resistance, and since it is long lasting, it is suitable.

[0035] Among these, the average of the diameter of crystal grain of the base side layer 11 which consists of AlON especially is 0.5 micrometers or less, and on the whole, there are few amounts of flank wears and amounts of groove wears, and since the thickness of the base side layer 11 is further excellent in abrasion resistance, it is desirable [the samples 1-7 1 micrometer or less and the chip of 11, 13, and 14].

[0036] Moreover, it turns out that the amount of flank wears and the amount of groove wears are large, so that all the thickness of an enveloping layer 5 will become large, if sample No.4 (or sample No.13 and sample No.14) are compared with sample No.3 of

an example, and there is an inclination to be easy to exfoliate, so that the thickness increases. Since ablation has occurred in the enveloping layer at the time of manufacture and the chip of sample No.16 cannot do processing work proper among the examples of comparison of this invention out of range to it, it is not desirable. moreover, sample No. -- ablation and the deficit of an enveloping layer arise at the time of use, and the chip of 18 and 19 is not desirable furthermore although the chip of sample No.15, and 17 and 20 did not produce ablation or the deficit of an enveloping layer at the time of manufacture and use -- a flank wear -- 0.27mm or more -- and a groove wear is as large as 0.26mm or more, and it is inferior to abrasion resistance, and since the life is short, it is not desirable

[0037] from this example of an experiment -- the Ming kana -- the chip 1 of this example equipped with the enveloping layer 5 which has the layer structure mentioned above on base 3 front face like is excellent in the capacity which eases residual stress, and does so the remarkable effect of being hard to produce ablation of an enveloping layer 5 at the time of manufacture and use. Moreover, since the thickness of an enveloping layer 5 is set up proper, it excels also in abrasion resistance and reinforcement can be realized.

[0038] Moreover, since thermal conductivity is high compared with aluminum 2O3, AlON of the substrate side layer 11 has good heat length, and a heat crack cannot produce it easily. Furthermore, TiN of an outermost layer of drum 14 can suppress generating of the heat produced in the edge of a blade of a chip 1 at ** of processing, and has the advantage that it can perform further high-speed processing and high efficiency processing.

[0039] In addition, as for this invention, it is needless to say that it can carry out in various kinds of modes by within the limits which is not limited to the aforementioned example and does not deviate from the summary of this example.

** For example, in the aforementioned example, although the chip was mentioned as the example as an example of application of this invention, if the composition mentioned above is adopted as other surface coating silicon nitride tools, such as a drill, for example, the same effect will be done so.

[0040] ** the combination of the interior layer of middle which constitutes an interlayer was shown in the example of an experiment mentioned above again -- it combines and various kinds of composition can be considered also to except

** As a base which makes a silicon nitride a principal component in this invention, not only the base that makes Si3N4 a principal component but the base which makes a principal component the sialon which has the same property is contained further.

[0041] In addition, even when the layer which consists of a material of this invention out of range among this internal interlayer has been arranged, as long as the operation effect of this invention is acquired, it is a scope of this invention. That is, it is contained in the right range of this invention when it includes the composition of this invention mentioned above even when the layer which consists of other materials was formed.

[0042]

[Effect of the Invention] As mentioned above, ablation cannot generate the surface coating silicon nitride tool of invention of a claim 1 easily in an enveloping layer at the time of manufacture and use as explained in full detail. Moreover, it excels in abrasion resistance and is long lasting.

[0043] In invention of a claim 2, at the time of use of a tool, a crystal cannot drop out easily, and it is hard coming to generate ablation of a layer, and is much more more suitable than the diameter of crystal grain of AlON of a substrate side layer, and a setup of the thickness. In invention of a claim 3, by setup of the diameter of crystal grain of the silicon nitride of a base, and a sintering-acid component, while intensity's becoming high and being much more hard coming to be missing at the time of cutting etc., a degree of hardness becomes high and abrasion resistance improves.

[Translation done.]